

Rasterelektronenmikroskopische *in-situ*-Beobachtung und mechanismenorientierte Modellierung kurzer Ermüdungsrisse in rostfreien austenitischen Edelstählen

U. Krupp¹, I. Roth², H.-J. Christ², M. Kübbeler³, C.-P. Fritzen³, I. Mazilu⁴,
C. Blochwitz⁴

¹Fakultät für Ingenieurwissenschaften und Informatik, FH Osnabrück, 49009 Osnabrück.

²Institut für Werkstofftechnik, Universität Siegen, 57068 Siegen.

³Institut für Mechanik und Regelungstechnik, Universität Siegen, 57068 Siegen

⁴Institut für Strukturphysik, TU Dresden, 01062 Dresden

Zusammenfassung: In einem interdisziplinären Forschungsprojekt werden Untersuchungsmethoden entwickelt, die eine Verfolgung der Ermüdungsrissausbreitung unter gleichzeitiger Quantifizierung der lokalen kristallographischen Orientierung mit Hilfe der EBSD-Technik durch *in-situ*-Verformung in Miniaturprüfmaschinen im Rasterelektronenmikroskop zulassen. Die Anwendung dieser Methoden auf einen stabilen und einen metastabilen austenitischen Edelstahl erlauben durch Einbeziehung der Finite-Elemente-Methode und einem anisotrop elastisch/kristall-plastischen Materialmodell die Berechnung der inhomogenen Spannungsverteilung und daraus die mechanismenorientierte Modellierung der von Zyklus zu Zyklus variierenden Risstriebskraft.

Stichwörter: Ermüdung, Ermüdungsrissausbreitung, EBSD, Rasterelektronenmikroskop

SEM *In-Situ* Observation and Mechanism-Based Modelling of Short Crack Propagation in Austenitic Stainless Steels

Abstract: Within an interdisciplinary project new research approaches are going to be developed that allow for *in-situ* monitoring initiation and early growth of fatigue cracks during cyclic deformation in the chamber of a scanning electron microscope. The respective results are correlated with quantitative microtexture analysis by means of the EBSD technique. Application of this method on a stable and metastable austenitic steel allow the calculation of the inhomogeneous stress distribution during the fatigue damage process by finite-element simulation. Furthermore, a model has been developed that allow the assessment of the local crack driving force cycle by cycle.

Keywords: Fatigue, Fatigue Crack Propagation, EBSD, Scanning Electron Microscope

Einleitung

Hochdynamisch beanspruchte Bauteile werden in der Regel nach Dauerfestigkeitskonzepten ausgelegt (vgl. [1]). Diese beruhen auf Wöhler-Linien und sind mehr oder weniger empirischer Natur. Es ist jedoch bekannt, dass die Existenz und Höhe der Dauerfes-

tigkeit von der Effizienz der im Werkstoff vorhandenen mikrostrukturellen Barrieren, wie Korngrenzen oder harte Phasen, abhängt [2]. Moderne Lebensdauervorhersagekonzepte bzw. das Design ermüdungsresistenter Werkstoffe erfordern daher ein detailliertes Verständnis der Wechselwirkungen zwischen der Werkstoffmikrostruktur, einsetzender Ermüdungsschädigung und der Ermüdungsrissausbreitung. Um diese Wechselwirkungen einer physikalisch basierten Modellbildung zugänglich zu machen, müssen nicht nur die lokal an der Riss Spitze wirkenden Spannungen, sondern auch die geometrische Lage und die Stärke der mikrostrukturellen Barrieren bekannt sein. Die Ausbreitung sog. "langer Ermüdungsrisse" wird üblicherweise anhand gekerbter Proben unter Einbeziehung des ΔK -Konzepts der linear-elastischen Bruchmechanik analysiert. Unter der Voraussetzung, dass die plastische Zone an der Riss Spitze klein gegenüber der Risslänge ist, kann so die Rissausbreitungsrate da/dN als Funktion der Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors ΔK angegeben werden. Der erstmals von Paris et al. [3] formulierte Zusammenhang stellt sich in seiner einfachsten Form wie folgt dar:

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K^m. \quad (1)$$

Darin sind C und m experimentell zu ermittelnde Werkstoffkennwerte (Erweiterungen hierzu s. [1]). Im Falle mikrostrukturell kurzer Ermüdungsrisse wird die Riss triebkraft durch die lokale Verformung an der Riss Spitze bestimmt. Dies hängt von den lokalen geometrischen Gegebenheiten, der lokalen kristallographischen Orientierung und der Ausprägung von Riss schließeffekten ab. Diese Zusammenhänge können idealerweise gemeinsam im Rasterelektronenmikroskop (REM) unter Einsatz miniaturisierter Prüfmaschinen quantitativ erfasst werden. Damit ist eine zyklenaufgelöste Messung der Risslänge a und der Riss Spitzenöffnung CTOD während des Durchlaufens von Spannung-Dehnung-Hysteresen als Funktion der lokalen Mikrostruktur möglich (s. z.B. [4,5]).

In-situ-Verformung im Rasterelektronenmikroskop

Im Fokus der Untersuchungen dieses Verbundprojekts stehen die beiden austenitischen Edelmstähle X2 CrNiMo 18 14 3 (1.4404, AISI316L, stabil) und X2CrNi 18 9 (1.4307, AISI304L metastabil). Bei letzterem handelt es sich um einen metastabilen austenitischen Stahl, der infolge plastischer Verformung eine martensitische Gitterumwandlung von fcc Austenit in raumzentrierten α' -Martensit erfährt [6].

Wechselverformungsexperimente werden innerhalb der Probenkammer kommerzieller Rasterelektronenmikroskope durchgeführt. Dabei kommt an der TU Dresden eine elektro-mechanische Prüfmaschine der Fa. Kammerath & Weiß mit einer Maximalkraft von 10kN und Prüffrequenzen bis 0,1Hz (s. Bild 1a) sowie an der Uni Siegen eine selbst konstruierte piezogetriebene Prüfmaschine integriert in eine separate Probenkammertür für Prüffrequenzen bis 50Hz (s. Bild 1b) zur Anwendung. Die Kennlinie von Piezoaktuatoren ergibt für geringe Verformungen hohe Kräfte und umgekehrt; für die verwendeten Flachproben aus 1.4307 werden Spannungen von +/-400MPa erreicht. Die Kraftmessung erfolgt durch einen Quarzkristall-Sensor hoher Steifigkeit (5,6kN/ μm) und die Dehnungsmessung mit Hilfe eines kapazitiven Sensors. Problematisch beim Betrieb der Systeme ist die Gewährleistung einer biegefreien Einspannung (an der TU Dresden wurde hierzu eine eigene Einspannvorrichtung entwickelt) und bei hohen Frequenzen die effektive Kühlung. Beide Systeme können im REM in Kombination mit der EBSD-

Technik (electron back-scattered diffraction) zur Messung der lokalen kristallographischen Orientierung und zur Phasenanalyse betrieben werden.

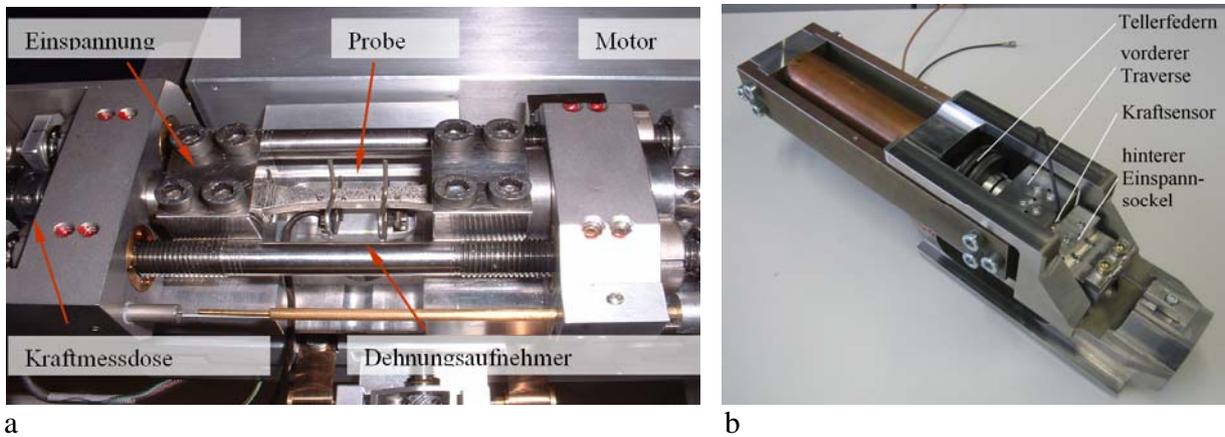


Bild 1: Miniaturprüfmaschinen für Wechselverformungsversuche im Rasterelektronenmikroskop: (a) Elektromechanische Prüfmaschine (Kamrath & Weiß) und (b) piezogetriebene Prüfmaschine (Eigenkonstruktion) / (a) Electromechanical and (b) piezo-driven miniature testing systems for fatigue experiments in the SEM

Experimentelle Ergebnisse

Die Wechselverformungsversuche im Rasterelektronenmikroskop dienen der Korrelation der Ausbreitung kurzer Ermüdungsriss mit der lokalen Mikrostruktur. Ein Beispiel zeigt Bild 2 für den Stahl X2 CrNiMo 18 14 3 (AISI 316L): Hier wurde bei einer plastischen Dehnungsamplitude von $\Delta\varepsilon_{pl}/2=0,002s^{-1}$ der Verlauf der Rissöffnung (COD) während kompletter Zyklen in der Nähe der Risspitze gemessen (diverse Messpunkte). Aus der Öffnung der COD-Kraft-Hysteresen konnte so die plastische Rissöffnungsweite $\Delta CTOD$ ermittelt werden. Bild 2b zeigt $\Delta CTOD$ -Werte als Funktion des Abstands von der Risspitze (der Aufnahme in Bild 2a entsprechen die eingekreisten Punkte in Bild 2b).

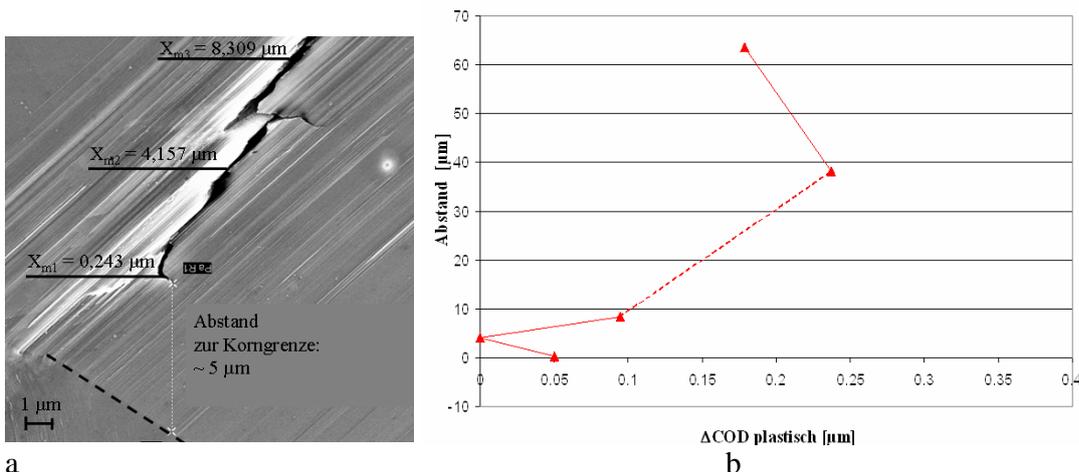


Bild 2: (a) Mikrostrukturell kurzer Ermüdungsriss in AISI316L und (b) zugehörige $\Delta CTOD$ -Werte als Funktion des Abstands von der in (a) gestrichelt markierten Korngrenze / (a) Microstructurally short fatigue crack in AISI316L and (b) $\Delta CTOD$ vs. the distance to the next grain boundary.

In der Nähe der Korngrenze ist $\Delta CTOD$ wesentlich geringer als innerhalb des Korns. Dies entspricht der häufig beobachteten Abnahme der Rissausbreitungsrate bei Annäherung an mikrostrukturelle Barrieren (s. [2]) und unterstützt somit die Hypothese, dass $\Delta CTOD$ die lokale Risstriebskraft bestimmt [7].

Ein weiteres Beispiel zeigt Bild 3. Hier ist ein mikrostrukturell kurzer Ermüdungsriss entstanden im metastabilen austenitischen Edelstahl X2CrNi 18 9 (AISI304L) während Wechselverformung bei $\Delta\sigma/2=350\text{MPa}$ (makroskopisch elastisch, $R=-1$) dargestellt. Bedingt durch elastische Anisotropie (vgl. folgender Abschnitt) trat lokal begrenzt in Korn 1 massive plastische Verformung auf, die zur verformungsinduzierten Umwandlung von Austenit zu α' -Martensit und Ermüdungsrissinitiierung führte. Durch Anwendung der EBSD-Technik konnte die Phasenumwandlung, die sich lokal im Bereich der Rissausbreitung in Korn 2 fortsetzt, deutlich nachgewiesen werden (s. Bild 3b).

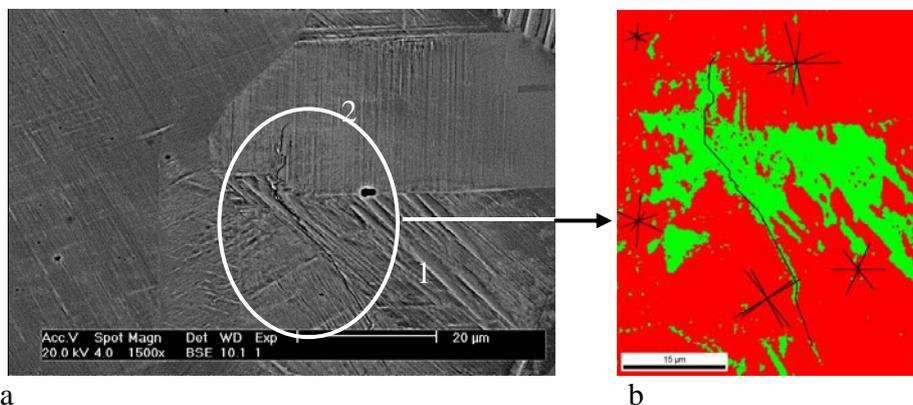


Bild 3: (a) Mikrostrukturell kurzer Ermüdungsriss (s. Markierung) in AISI304L und (b) zugehöriges Ergebnis der EBSD-Analyse: grün: α' -Martensit, rot: Austenit, die schwarzen Linien entsprechen den Spuren der $\langle 011 \rangle \{111\}$ -Gleitsysteme der jeweiligen Körner / (a) Microstructurally short fatigue crack in AISI304L and (b) EBSD measurement of the phases present in (a), green: α' marten-site, red: austenite, black lines correspond to the traces of the $\langle 011 \rangle \{111\}$ slip systems of the respective grains.

Modellierungskonzept

Die oben exemplarisch dargestellten Ergebnisse der in-situ-Wechselverformungsversuche erlauben eine quantitative numerische Analyse des Ermüdungsschädigungsprozesses. Anhand der EBSD-Daten kann die Werkstoffmikrostruktur und der Lage der Gleitsysteme rekonstruiert werden. Mit Hilfe eines elastisch-anisotropen kristallplastischen Materialmodells liefert die Finite-Elemente-Methode die lokal auf die jeweiligen Gleitebenen wirkenden Spannungen. Dies zeigt Bild 4 für eine AISI304L-Ermüdungsprobe, die im Bereich der Dauerfestigkeit beansprucht wurde. Daraus geht deutlich hervor, dass die elastische Anisotropie zu erheblichen Spannungsüberhöhungen an denjenigen Korngrenzen führt (Bild 4b), an denen auch im Experiment Ermüdungsschädigung in Form ausgeprägter Gleitbänder (Korn 1 in Bild 4a) aufgetreten ist.

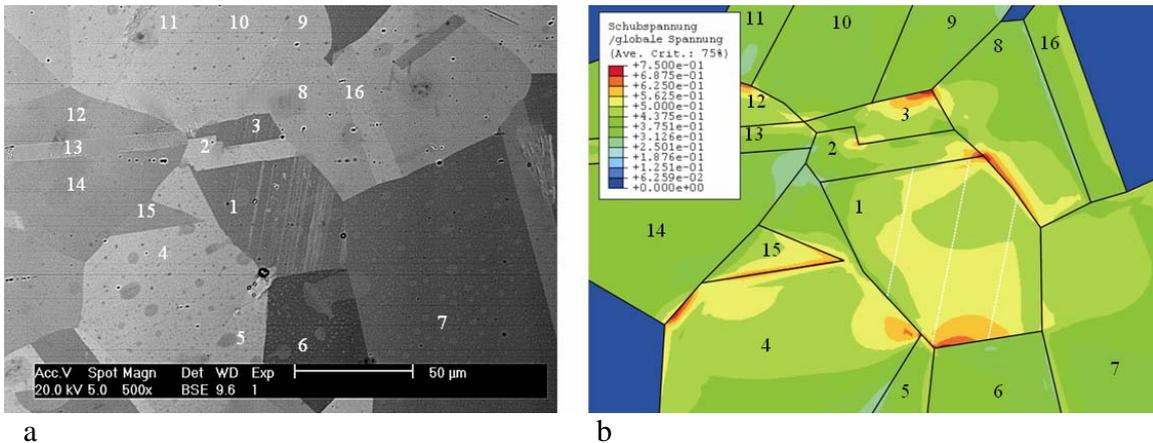
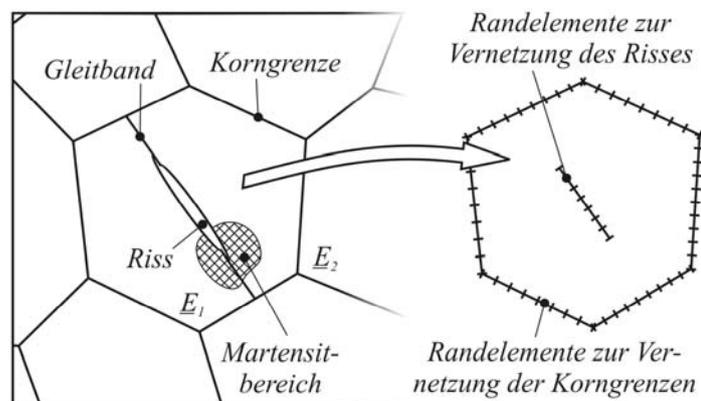


Bild 3: Gefügeausschnitt einer AISI304L-Ermüdungsprobe: (a) REM-Aufnahme und (b) zugehörige Finite-Elemente-Simulation basierend auf den EBSD-Kristallorientierungsdaten und der elastischen Anisotropie / Slip activity in a fatigued AISI304L sample (a) SEM micrograph and (b) FE simulation.

Ziel der Arbeiten ist es, aus den mittels REM und EBSD gemessenen Gefügedaten und den mechanischen Eigenschaften die lokale Rissausbreitungsrate, die im Laufe der Ermüdungslebensdauer starken Schwankungen unterliegen kann, zu berechnen und vorherzusagen. Zu diesem Zweck wird in der Arbeitsgruppe der Autoren seit 1997 an einem Kurzrissmodell gearbeitet, in dem der Riss und die angrenzenden plastischen Zonen (Fließstreifen) mit Randelementen vernetzt werden (Erläuterungen und Simulationsergebnisse hierzu finden sich in [2,8-10]). Die Rissausbreitungsrate wird als Funktion des lokal vorliegenden irreversiblen Anteils der plastischen Verschiebung an der Risspitze berechnet; dabei handelt es sich bei sehr kurzen Rissen um die zyklische Tangentialverschiebung $\Delta CTSD$, bei längeren Rissen und Beteiligung mehrerer Gleitsysteme um die zyklische Rissöffnung $\Delta CTOD$. Die Verschiebungen ergeben sich aus der Höhe der kritischen Spannungen zur Aktivierung der Gleitsysteme (zykl. Reibungsspannung) und zur Überwindung von Korn- und Phasengrenzen, sowie der geometrischen Lage der Gleitebenen innerhalb der betroffenen Körner und der Riss-schließeffekte aufgrund der Geometrie und Phasenumwandlungen. Das generelle Modellierungskonzept zeigt schematisch Bild 4.

Bild 4: Gefügeausschnitt mit schematischer Darstellung der Randelemente- vernetzung von Riss, Korngrenzen und Phasenumwandlungsbereich / Schematic representation of the boundary element model



Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen eines Verbundforschungsvorhabens werden Wechselwirkungen zwischen der Werkstoffmikrostruktur und der Rissausbreitungsrate kurzer Ermüdungsrisse in den austenitischen Edestählen AISI304L und AISI316L untersucht. Mit Hilfe von Wechselverformungsversuchen *in-situ* im Rasterelektronenmikroskop unter Einbeziehung der EBSD-Technik kann die lokale Rissspitzenöffnung $\Delta CTOD$ bzw. die Rissspitzenverschiebung $\Delta CTSD$ der kristallographischen Orientierung und dem Abstand von der nächsten Korn- oder Phasengrenze, sowie im Fall des metastabilen Austenits AISI304L der verformungsinduzierten Martensitbildung in unmittelbarer Rissspitzennähe zugeordnet werden. Die experimentellen Daten fließen unmittelbar in ein Modell auf der Basis der Randlementmethode ein und können so zur Vorhersage der Ermüdungslebensdauer im HCF- und im Dauerfestigkeitsbereich sowie zum Design ermüdungsresistenter Mikrostrukturen herangezogen werden.

Danksagung

Ganz herzlich gedankt sei an dieser Stelle der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die finanzielle Unterstützung des interdisziplinären Forschungsvorhabens PAK104: "Rasterelektronenmikroskopische *in-situ*-Beobachtung und mechanismenorientierte Modellierung der Ermüdungsrissinitiierung und -ausbreitung in rostfreien Edelstählen".

Literatur

- [1] Radaj, D.; Vormwald, M.: *Ermüdungsfestigkeit*, 3. Auflage, Springer, Berlin Heidelberg 2007.
- [2] Krupp, U.: *Fatigue Crack Propagation in Metals and Alloys*, Wiley VCH, Weinheim 2007.
- [3] Paris, P.C.; Erdogan, F., *J. Basic Engng.* **85** (1963) 528.
- [4] Marx, M; Vehoff, H., *Int. J. Mater. Res.* **97** (2006) 1617.
- [5] Li, W.-F.; Zhang, X.-P., *Mater. Sci. Engng.* **A318** (2001) 129.
- [6] Bayerlein, M.; Christ, H.-J.; Mughrabi, H., *Mater. Sci. Engng.* **114** (1992) L11.
- [7] Blochwitz, C.; Tirschler, W.; Weidner, A., *Mater. Sci. Engng.* **357** (2003) 264.
- [8] Schick, A.: *Ein neues Modell zur mechanismenorientierten Simulation der mikrostrukturbestimmten Kurzrissausbreitung*, VDI-Fortschritt-Berichte, Reihe 18, Nr. 292, VDI-Verlag, Düsseldorf 2004.
- [9] Künkler, B., *Mechanismenorientierte Lebensdauervorhersage unter Berücksichtigung der Mikrostruktur - Modellentwicklung, Verifikation und Anwendung*, VDI-Fortschritt-Berichte, Reihe 18, Nr. 312, VDI-Verlag, Düsseldorf 2007.
- [10] Künkler, B.; Düber, O.; Köster, P.; Krupp, U.; Fritzen, C.-P.; Christ, H.-J., *Engng. Fract. Mech.* **75** (2008) 717.